

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-92208

(43) 公開日 平成8年(1996)4月9日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 7 D 207/448

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平6-227648

(22) 出願日 平成6年(1994)9月22日

(71) 出願人 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(72) 発明者 岸野 和夫

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒機能開発研究所内

(72) 発明者 喜多 裕一

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒機能開発研究所内

(54) 【発明の名称】 マレイミド類のアクリロニトリル溶液の取り扱い方法

(57) 【要約】

【目的】 マレイミド類を重合禁止剤の存在下にアクリロニトリル溶液として安全かつ安定的に取り扱う方法を提供する。

【構成】 マレイミド類を重合禁止剤の存在下にアクリロニトリル溶液として取り扱う際に、この溶液の気相部の分子状酸素量を0.01~10容量% (但し、マレイミド類およびアクリロニトリルを除く混合ガスの容量基準) とする。

【効果】 マレイミド類のアクリロニトリル溶液中に微量の過酸化物や芳香族ビニル化合物などの不純物が混入しても溶液の白濁やポリマーの生成などを防止することができ、当該アクリロニトリル溶液の安定した取り扱いが可能となる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 マレイミド類を重合禁止剤の存在下にアクリロニトリル溶液の形態で取り扱う際に、該アクリロニトリル溶液の気相部の分子状酸素含有量をマレイミド類およびアクリロニトリルを除くガス混合物の容量基準で0.01～10容量%とすることを特徴とするマレイミド類のアクリロニトリル溶液の取り扱い方法。

【請求項2】 マレイミド類およびアクリロニトリルを除くガス混合物が分子状酸素および不活性ガスからなる請求項1のマレイミド類のアクリロニトリル溶液の取り扱い方法。

【請求項3】 不活性ガスが窒素である請求項2のマレイミド類のアクリロニトリル溶液の取り扱い方法。

【請求項4】 アクリロニトリル溶液を30～70℃に加熱、保持する請求項1のマレイミド類のアクリロニトリル溶液の取り扱い方法。

【請求項5】 アクリロニトリル溶液中のマレイミド類の濃度が40～80重量%である請求項1のマレイミド類のアクリロニトリル溶液の取り扱い方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はマレイミド類のアクリロニトリル溶液の取り扱い方法、詳しくはマレイミド類を重合禁止剤の存在下にアクリロニトリル溶液として安全かつ安定的に取り扱う方法に関する。

【0002】 なお、本発明における「取り扱い」との用語は、マレイミド類のアクリロニトリル溶液のタンクローリーなどによる輸送、タンクなどでの貯蔵、パイプ、バルブ、ノズルなどを含めた配管（例えば、マレイミド類のアクリロニトリル溶液の貯槽から重合系への供給ライン）での移送などを意味する。

## 【0003】

【従来の技術】 N-フェニルマレイミドなどに代表されるマレイミド類はアクリロニトリル-ブタジエンスチレン（ABS）樹脂、アクリロニトリル-アクリルコモースチレン（AAS）樹脂、アクリロニトリル-スチレン（AS）樹脂、アクリロニトリル-塩素化ポリエチレン-スチレン（ACS）樹脂などの耐熱向上剤として、これら樹脂を構成するモノマーとの共重合に広く用いられている。そのほか、医薬、農薬などの原料としても有用な化合物である。

【0004】 常温で固体のマレイミド類は、従来、粉体、フレーク、タブレットなどの形態で取り扱うのが一般的であった。しかし、このような固体状のマレイミド類は、その移送中に粉化が進み、微粉末を多量に発生し、作業環境などの悪化など種々の問題を生じる。本出願人は、これら問題を解決するために、先にマレイミド類を重合禁止剤の存在下にアクリロニトリル溶液の形態で安全かつ安定的に取り扱う方法を提案した（特公平3-12057号公報）。このマレイミド類をアクリロニ

トリル溶液の形態で取り扱う方法は、上記のような問題を解決した点で優れていることから、現在、工業的に広く用いられている。

【0005】 そのほか、本出願人は、マレイミド類をアクリロニトリル溶液として取り扱う方法として、マレイミド類のアクリロニトリル溶液中の酸分を0.3重量%に調整する方法（特開昭64-61456号公報）およびマレイミド類のアクリロニトリル溶液中の酸分を0.3重量%以下に調整し、かつ重合禁止剤を共存させる方法（特開平1-250348号公報）を提案している。これら方法は、マレイミド類のアクリロニトリル溶液による金属材料の腐食を防止しながら当該アクリロニトリル溶液を安全かつ安定的に取り扱う方法に関するものである。

【0006】 さらに、本出願人はマレイミド類を熔融状態で取り扱う新規な方法も提案している（特開平3-209363号、特開平4-26673号各公報）。この方法はマレイミド類を、アクリロニトリル溶液の形態ではなく、その融点以上の温度、つまり熔融状態で、かつ気相部の分子状酸素含有量が0.1容量%以上、あるいは10容量%以下の条件で取り扱うというものである。

【0007】 しかし、上記特公平3-12057号公報記載の方法によりマレイミド類をアクリロニトリル溶液の形態で取り扱う際、特に工業的に多量に取り扱うとき、当該アクリロニトリル溶液の着色あるいは白濁などが生じて、その安定性が損なわれる場合があることが判明した。例えば、洗浄後、空気を囲気中で長期間放置した貯槽中にマレイミド類のアクリロニトリル溶液を貯蔵したとき、あるいは他の目的で使用した装置を転用してマレイミド類のアクリロニトリル溶液の貯槽としたときも当該アクリロニトリル溶液の着色あるいは白濁が生じる場合がある。そして、この現象はマレイミド類のアクリロニトリル溶液の商品価値を損なうばかりか、目的とする樹脂の製造における重合転化率の低下、耐熱性などの樹脂物性の低下、さらには当該アクリロニトリル溶液の貯槽から重合系への供給ラインを閉塞させて樹脂の製造そのものを困難にする事態となるのである。

【0008】 かくして、このような問題を解決して、マレイミド類をアクリロニトリル溶液の形態として安全かつ安定的に取り扱う方法が工業的に強く望まれていた。

【0009】 そこで、本発明者らはマレイミド類のアクリロニトリル溶液の着色あるいは白濁など好ましくない現象の原因について検討した結果、当該アクリロニトリル溶液中に微量の過酸化物が混在すると、それが分解してポリマーが生成し、当該アクリロニトリル溶液中に白濁物を発生させるのではないかと推測するに至った。具体的には、例えば洗浄後、空気を囲気中で長期間放置した貯槽を用いた場合、あるいは他の目的で使用した装置を転用してマレイミド類のアクリロニトリル溶液の貯槽とした場合などは、洗浄不足に起因して付着あるいは残存

した有機物が空気中の酸素により酸化され、有機過酸化物を生成し、それが原因となってポリマーが発生するというものである。

【0010】さらに、この有機過酸化物は、マレイミド類のアクリロニトリル溶液中にマレイミド類およびアクリロニトリル以外のモノマーが混入するとポリマーの生成を一段と促進すると考えられている。特に、マレイミド類のアクリロニトリル溶液は、前記のように、ABS樹脂、AS樹脂などの製造に用いられることから、当該アクリロニトリル溶液中にスチレンが混入することがあり、これによってポリマーの生成が一段と加速され、実際の取り扱いにおいて不測の事態を引き起こすことになる。具体的には、例えばスチレン系樹脂の製造の場合、重合系におけるスチレンモノマー供給ラインからマレイミド類のアクリロニトリル溶液の貯槽へのスチレンの逆流、スチレンタンクと連結された不活性ガスシールラインからの貯槽へのスチレンの混入となって現れ、マレイミド類のアクリロニトリル溶液の着色や白濁、あるいはポリマーの生成が進行する。そして、このような現象はスチレンに限らず、 $\alpha$ -メチルスチレン、 $p$ -メトキシスチレン、 $p$ -メチルスチレン、 $o$ 、 $m$ 、 $p$ -クロルスチレン、 $p$ -プロモスチレンなどの芳香族ビニル化合物の場合も同様であることが確認された。

#### 【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記のような問題を解決して、マレイミド類のアクリロニトリル溶液を安全かつ安定的に取り扱う方法を提供することを目的とするものである。

【0012】また、本発明は、マレイミド類のアクリロニトリル溶液を、当該アクリロニトリル溶液中に微量の過酸化物や芳香族ビニル化合物などの不純物が混入しても、安全かつ安定的に取り扱うことができる方法を提供することを目的とするものである。

#### 【0013】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、マレイミド類のアクリロニトリル溶液を安全かつ安定的に取り扱う方法について鋭意研究した結果、アクリロニトリル溶液の気相部の分子状酸素が当該アクリロニトリル溶液の安定性に大きな影響を及ぼすこと、そして気相部の酸素含有量を特定範囲に調整すると当該アクリロニトリル溶液は安定であり、微量の過酸化物や芳香族ビニル化合物などの不純物が混入してもその安定性は損なわれず、安定した状態で取り扱えることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。このような知見は、アクリロニトリルはその防災指針に規定されているように窒素雰囲気中で貯蔵するのが一般的であることからして、まったく予想外のことであった。

【0014】すなわち、本発明はマレイミド類を重合禁止剤の存在下にアクリロニトリル溶液の形態で取り扱う際には、該アクリロニトリル溶液の気相部の分子状酸素含

有量をマレイミド類およびアクリロニトリルを除くガス混合物の容量基準で0.01~10容量%とすることを特徴とするマレイミド類のアクリロニトリル溶液の取り扱い方法である。以下、本発明を詳細に説明する。

【0015】本発明により取り扱えるマレイミド類としては、 $N$ -メチルマレイミド、 $N$ -エチルマレイミド、 $N$ -ヘキシルマレイミド、 $N$ -オクチルマレイミド、 $N$ -ドデシルマレイミド、 $N$ -ベンジルマレイミド、 $N$ -シクロヘキシルマレイミド、 $N$ -フェニルマレイミド、 $N$ -ニトロフェニルマレイミド、 $N$ -メトキシフェニルマレイミド、 $N$ -メチルフェニルマレイミド、 $N$ -カルボキシフェニルマレイミド、 $N$ -ヒドロキシフェニルマレイミド、 $N$ -クロルフェニルマレイミド、 $N$ -ジメチルフェニルマレイミド、 $N$ -ジクロルフェニルマレイミド、 $N$ -ブロムフェニルマレイミド、 $N$ -ジブロムフェニルマレイミド、 $N$ -トリクロルフェニルマレイミド、 $N$ -トリブロムフェニルマレイミドなどを挙げることができる。マレイミド類をアクリロニトリルに溶解するには、例えばアクリロニトリル中にマレイミド類を投入するなど、任意の方法により行うことができる。なお、マレイミド類の溶解はアクリロニトリルの沸点(78.5℃)以下の温度で行うのが好ましく、アクリロニトリルが高い蒸気圧を有することから通常30~70℃の範囲の温度で行うのがよい。

【0016】アクリロニトリル溶液中のマレイミド類の濃度については特に制限はなく、取り扱い温度、取り扱いの態様(例えば、輸送または貯蔵)、あるいは当該アクリロニトリル溶液を用いて製造する共重合体の種類、製造法および製造条件などを考慮して適宜決定することができる。例えば、マレイミド類含有率の高い共重合体の製造に使用する場合には、高濃度とするのが好ましいこともある。

【0017】本発明においては、通常、マレイミド類の濃度を40~80重量%とし、この範囲の濃度のマレイミド類のアクリロニトリル溶液を30~70℃の範囲の温度で取り扱う。なお、本発明によれば、濃度が60~80重量%という高濃度のマレイミド類のアクリロニトリル溶液も安全かつ安定して取り扱うことができる。マレイミド類のアクリロニトリル溶液に使用する重合禁止剤としては、従来公知の重合禁止剤を用いることができる。例えば、メトキシベンゾキノン、 $p$ -メトキシフェノール、フェノチアシン、ハイドロキノン、アルキル化ジフェニルアミン類、メチレンブルー、 $tert$ -ブチルカテコール、 $tert$ -ブチルハイドロキノン、ジメチルジチオカルバミン酸亜鉛、ジメチルジチオカルバミン酸銅、ジブチルジチオカルバミン酸銅、サリチル酸銅、チオジイソプロピオン酸エステル類、メルカプトベンゾイミダゾール、トリフェニルホスファイト、アルキルフェノール類、アルキルビスフェノール類などを挙げることができる。重合禁止剤の種類については、目的生成

物としての共重合体の種類およびその製造法、使用する重合開始剤の種類などを考慮して適宜選択することができる。

【0018】これら重合禁止剤のうち、*p*-メトキシフェノール、*tert*-ブチルカテコールおよび2,4-ビス(*n*-オクチルチオ)-6-(4-ヒドロキシ-3,4-*tert*-ブチルアニリノ)-1,3,5-トリアジン、2,2'-チオビス-(4-メチル-6-*tert*-ブチルフェノール)、トリエチングリコールビス-[3-(3-*tert*-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネイト]などのヒンダードフェノール類、特に*p*-メトキシフェノールが好適に用いられる。

【0019】重合禁止剤の使用量は、マレイミド類に対して、0.0001~1.0重量%、好ましくは0.001~0.1重量%である。

【0020】本発明によれば、マレイミド類のアクリロニトリル溶液を取り扱う際、当該アクリロニトリル溶液の気相部の酸素含有量をマレイミド類およびアクリロニトリルを除くガス混合物の容量基準で0.01~10容量%、好ましくは0.1~8容量%、更に好ましくは1~7容量%とする。

【0021】上記マレイミド類およびアクリロニトリルを除くガス混合物は、通常、分子状酸素および窒素、二酸化炭素、ヘリウム、アルゴンなどの不活性ガスからなる。この不活性ガスとしては窒素が特に好適に用いられる。かくして、マレイミド類およびアクリロニトリルを除くガス混合物の好ましい例としては、分子状酸素および窒素からなる混合ガスを挙げることができる。

【0022】つまり、本発明の好適な態様においては、マレイミド類のアクリロニトリル溶液の気相部は、マレイミド類、アクリロニトリル、分子状酸素および窒素ガスからなるガス混合物からなり、この分子状酸素および窒素ガスの混合ガス中の酸素含有量が0.01~10容量%、好ましくは0.1~8容量%、更に好ましくは1~7容量%である。

【0023】気相部の分子状酸素含有量(マレイミド類およびアクリロニトリルを除くガス混合物の容量基準、以下同じ)が0.01容量%より少ないと、マレイミド類およびアクリロニトリル以外のモノマーなどの混入、あるいは貯槽などの容器の汚染によって惹起される、マレイミド類のアクリロニトリル溶液の白濁、あるいはポリマーの生成などを防止することができない。一方、気相部の分子状酸素含有量が10容量%を超えるとマレイミド類のアクリロニトリル溶液が着色し、例えば比較例3に示すように溶液のガードナーNo.が7から13に増加して好ましくない。マレイミド類のアクリロニトリル溶液の着色は当該アクリロニトリル溶液を用いて製造する樹脂の着色、樹脂の物理的特性の低下など引き起こし、製品樹脂に及ぼす悪影響は大きい。当該アクリロニ

トリル溶液の着色によってもたらされる工業的デメリットは著しいものがある。かくして、マレイミド類のアクリロニトリル溶液を、着色を引き起こすることなく、安全かつ安定的に取り扱う方法が望まれていたのである。

【0024】マレイミド類のアクリロニトリル溶液の気相部の分子状酸素含有量を本発明で規定する範囲にする方法については特段の制限はなく、例えば予め窒素などの不活性ガスで所定の分子状酸素含有量にした混合ガスを用いて気相部の置換を行えばよい。なお、この混合ガスを攪拌あるいはバブリングなどの操作によりマレイミド類のアクリロニトリル溶液中に導入すると短時間で本発明の効果が発現されるので好ましい。

【0025】

【発明の効果】本発明の主たる効果を挙げると次のとおりである。

【0026】(1)マレイミド類のアクリロニトリル溶液を安全かつ安定的に取り扱うことができる。

【0027】(2)マレイミド類のアクリロニトリル溶液の着色や白濁、あるいはポリマーの生成などの原因と考えられる有機過酸化物が発生するような条件、例えば洗浄後、空気雰囲気中で長期間放置した貯槽を用いた場合、あるいは他の目的で使用した装置を転用してマレイミド類のアクリロニトリル溶液の貯槽とした場合などであって、洗浄不足に起因して有機物が付着あるいは残存しているような条件下においても、当該アクリロニトリル溶液の着色や白濁、あるいはポリマーの生成などを効果的に防止することができる。

【0028】(3)マレイミド類のアクリロニトリル溶液に、マレイミド類およびアクリロニトリル以外のモノマーであって、アクリロニトリル溶液の安定性を著しく損なうスチレンなどの芳香族ビニル化合物などが混入した場合も、当該アクリロニトリル溶液の着色や白濁、あるいはポリマーの生成などを効果的に防止することができる。

【0029】(4)マレイミド類のアクリロニトリル溶液を40~80重量%の濃度、かつ30~70℃の温度で安定的に取り扱うことができる。

【0030】(5)マレイミド類のアクリロニトリル溶液を長期保存しても溶液の着色や白濁、あるいはポリマーの生成がないので商品価値が損なわれることはない。

【0031】(6)マレイミド類のアクリロニトリル溶液は長期保存しても溶液の着色や白濁、あるいはポリマーの生成がないので、当該アクリロニトリル溶液を用いることにより色相、物理的特性などに優れた樹脂を製造することができる。

【0032】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明する。なお、以下の実施例、比較例および各表における気相部の酸素含有量は、マレイミド類およびアクリロニトリルを除く混合ガスの容量を基準とする。

## 【0033】実施例1

攪拌機と冷却器とを取り付けた500mlのフラスコにアクリロニトリル90gおよび重合防止剤としてp-メトキシフェノール10mgを入れた。このフラスコを水浴上に置き、水浴温度を調整して内温（アクリロニトリル溶液の温度）を65℃とした。次に、攪拌しながら純度99.5%のN-フェニルマレイミドの結晶を210g加えたところN-フェニルマレイミドの結晶は速やかに溶解し、完全に澄明な黄色の溶液を得られた。この溶液の色調を比色計（デルタ比色計、東京光電（株）製）で測定したところガードナーNo. 7であった。

【0034】この溶液中に20mm×40mm×2mmの大きさのステンレス（SUS304）のテストピースを入れ、次いでこの溶液中に分子状酸素を7容量%含有した窒素ガスを供給して気相部の空気をこの分子状酸素含有窒素ガスで置換した後、密封した。気相部の分子状酸素含有量は7容量%であった。

【0035】引続き、内温65℃にて60日間保持したところ、60日後も溶液の澄明さは変わらず、色調はガードナーNo. 8であった。

【0036】この溶液からアクリロニトリルを蒸発せしめたところ鮮やかな黄色の結晶を得た。この結晶のN-フェニルマレイミド含有量を高速液体クロマトグラフィーで分析したところ99.5%であり、重合はまったく認められなかった。

【0037】この結果から、ステンレス製容器中でN-フェニルマレイミドのアクリロニトリル溶液を安定して取り扱うことができることが分かる。

【0038】取り扱い条件および結果をそれぞれ表1および表2にまとめて示した。

## 【0039】実施例2

実施例1で使用したと同じフラスコにアクリロニトリル100g、スチレン3gおよび重合防止剤としてp-メトキシフェノール10mgを入れた。このフラスコを水浴上に置き、水浴温度を調整してフラスコの内温を65℃とした。次に、攪拌しながら純度99.5%のN-フェニルマレイミドの結晶を200g加えたところN-フェニルマレイミドの結晶は速やかに溶解し、完全に澄明な黄色の溶液が得られた。この溶液の色調を実施例1と同様にして測定したところガードナーNo. 7であった。

【0040】この溶液中に実施例1で使用したと同じステンレス製のテストピースを入れ、引続き気相部に分子状酸素を7容量%含有した窒素ガスを供給して気相部の空気を酸素含有窒素ガスで置換した後、フラスコを密閉した。気相部の分子状酸素含有量は7容量%であった。

【0041】引続き、内温65℃にて30日保持したところ、30日後も溶液の澄明さは変わらず、色調もガードナーNo. 8であった。

【0042】この溶液からアクリロニトリルを蒸発せしめたところ、鮮やかな黄色の結晶を得た。この結晶のN-フェニルマレイミド含有量を実施例1と同様にして分析したところ純度99.5%であり、重合はまったく認められなかった。

【0043】この結果から、スチレンが混入した場合でも、ステンレス製容器中でN-フェニルマレイミドのアクリロニトリル溶液を安定して取り扱うことができることが分かる。

【0044】取り扱い条件および結果をそれぞれ表1および表2にまとめて示した。

## 【0045】比較例1

実施例2において、分子状酸素を含有した窒素ガスの代わりに窒素ガスを使用して気相部の置換を行った。置換後、気相部のガス組成をガスクロマトグラフィーにより分析したところ酸素含有量は0.001容量%であり実質的に含まれていなかった。

【0046】引続き、内温65℃にて保持したところ3日目に溶液は白濁し、粘稠な溶液となった。このものを激しく攪拌した1リットルのメタノール溶液中に滴下すると白色のポリマーが析出した。

【0047】このポリマーをろ過、乾燥した後、重量を測定したところ最初に使用したN-フェニルマレイミドとアクリロニトリルとの合計量に対し3重量%生成しており、明らかに重合していることが分かった。

【0048】取り扱い条件および結果をそれぞれ表3および表4にまとめて示した。

## 【0049】実施例3～6

実施例2において、マレイミドの種類、重合防止剤の種類、気相部の分子状酸素含有量などの条件を表1に示すように変更した以外は実施例2と同様にしてマレイミドのアクリロニトリル溶液の取り扱いを行った。取り扱い条件および結果をそれぞれ表1および表2にまとめて示した。

## 【0050】比較例2～3

実施例2において、マレイミドの種類、重合防止剤の種類、気相部の分子状酸素含有量などの条件を表3に示すように変更した以外は実施例2と同様にしてマレイミドのアクリロニトリル溶液の取り扱いを行った。

【0051】取り扱い条件および結果をそれぞれ表3および表4にまとめて示した。

## 【0052】

【表1】

実施例	マレイミド類		安定剤		不純物		気相部酸素含有量(*4)	保持条件	
	種類	濃度(*1)	種類	添加量(*2)	種類	濃度(*3)		温度(°C)	期間(日)
1	N-フェニルマレイミド	70/30	p-メチルフェニル	100	—	—	7	65	60
2	同上	67/33	同上	100	スチレン	1	7	65	30
3	同上	50/50	同上	100	α-メチルスチレン	1	7	65	30
4	同上	50/50	TBC(*5)	100	スチレン	1	2	65	30
5	同上	70/30	p-メチルフェニル	100	同上	1	7	65	30
6	N-(0-メチルフェニル)マレイミド	50/50	TBC	100	同上	1	2	65	30

- (\*1) マレイミド/アクリロニトリル (重量%)  
 (\*2) ppm 対マレイミド類  
 (\*3) 重量% 対 (マレイミド類+アクリロニトリル)  
 (\*4) 容量%  
 (\*5) p-tert-ブチルカルカテコール

実施例	溶液外観		ゲートNo.		生成 ポリマー量 (*7)	マレイミド類 純度 (*8)
	保持前	保持後	保持前	保持後		
1	澄明	澄明	7	8	—	99.5
2	同上	同上	7	8	—	99.5
3	同上	同上	7	8	—	99.5
4	同上	同上	7	8	—	99.5
5	同上	同上	7	8	—	99.5
6	同上	同上	7	8	—	99.5

(\*7) 重量% 対 (マレイミド類+アクリロニトリル)

(\*8) 重量%

【0054】

【表3】

比較例	マレイミド類		安定剤		不純物		気相酸素含有量(*4)	保持条件	
	種類	濃度(*1)	種類	添加量(*2)	種類	濃度(*3)		温度(°C)	期間(日)
1	N-フェニルマレイミド	50/50	P-メキソノール	100	スチレン	1	0	65	3
2	同上	50/50	同上	100	$\alpha$ -メチルスチレン	1	0.001	65	4
3	同上	50/50	TBC(*5)	100	スチレン	1	15	65	30

(\*1)、(\*2)、(\*3)、(\*4)、(\*5)：表1と同じ

【0055】

【表4】



15

16

比較例	溶液外観		ガードナーNo.		生成 ポリマー量 (※7)	マレimid類 純度 (※8)
	保持前	保持後	保持前	保持後		
1	澄明	白濁	7	—	3	—
2	同上	同上	7	—	5	—
3	澄明	澄明	7	13	—	99.5

(※7)、(※8)： 表2と同じ

#### 【0056】実施例7

無水マレイン酸—スチレン—メタクリル酸メチル系の重合物の製造に使用された、攪拌機と冷却器とを備えた、ジャケット付反応槽（200リットル容量、SUS304製）を熱水とスチームとで洗浄し、次に100℃の空気気流中で乾燥した後、N-フェニルマレイミドのアクロニトリル溶液の貯蔵容器に転用した。

【0057】上記容器を窒素ガスで完全に置換した後、  
20 アクリロニトリル60kgとp-メトキシフェノール  
4.5gとを加え、50℃に昇温した。次に、N-フェ  
ニルマレイミド90kgを加えて溶解したところ、速や  
かに溶解し、完全に澄明な黄色の溶液が得られた。さら  
に気相部を窒素ガスで置換し、出口ガス中の酸素含有量  
を分析したところ酸素は検出されなかった。

【0058】次に、この窒素雰囲気上で上記アクリロニ  
トリル溶液を50℃に保持したところ、5時間後にアクリ  
ロニトリル溶液は白濁した。

【0059】これに対し、上記操作において、窒素ガス  
の代わりに7容量%の分子状酸素を含有する窒素ガスで  
置換した以外は上記と同様の操作を行ったところ、アク  
リロニトリル溶液は30日後も澄明であり、溶液の白濁  
は認められなかった。

【0060】上記の結果から、容器の汚染によって引き  
起こされたと考えられるアクリロニトリル溶液の白濁も  
気相部の分子状酸素含有量を7容量%とすることで完全  
に防止できることが分かる。

【0061】

30

40

50